

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-240849

(43)Date of publication of application : 04.09.2001

(51)Int.Cl.

C09K 3/14
B24B 37/00
H01L 21/304
// B24B 19/00

(21)Application number : 2000-050765

(71)Applicant : FUJI PHOTO FILM CO LTD

(22)Date of filing : 28.02.2000

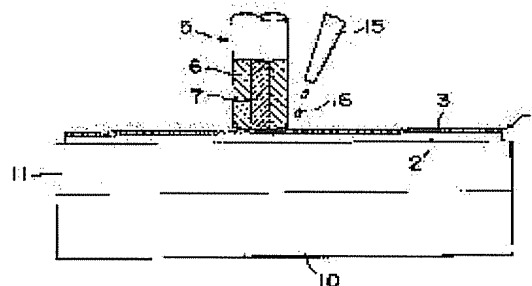
(72)Inventor : RYOMO KATSUMI

(54) GRINDING LIQUID

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To secure a good grinding property by suppressing the solidification of a grinding obtained by dispersing a grinding material in an aqueous in an aqueous solution, caused by coagulation and gelation with time, for improving its handling property.

SOLUTION: In this grinding liquid 16 consisting of a grinding material and an aqueous solution, and used for grinding a material to be ground 5, a water to be used has $\leq 0.500 \mu\text{S}/\text{cm}$ (at 25°C) electric conductivity and the content of polyvalent ions is reduced, etc. to suppress coagulation.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.**** shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] Polish liquid with which the electrical conductivity of the water used for this polish liquid is characterized by being below 0.500microS/cm (25 degrees C) in the polish liquid which consists of abrasives used when grinding the ground body, and a water solution.

[Claim 2] Polish liquid according to claim 1 with which the electrical conductivity of water is characterized by being 0.001-0.500microS/cm (25 degrees C).

[Claim 3] Water is polish liquid according to claim 1 which carries out ion exchange treatment and is characterized by coming to distill again after distilling.

[Claim 4] Polish liquid according to claim 1 characterized by including the alcohol of carbon numbers 1-4.

[Claim 5] Polish liquid according to claim 1 characterized by the specific surface area of abrasives fine particles being 5-400m²/g.

[Claim 6] Polish liquid according to claim 1 characterized by the grain size of abrasives fine particles being 1-1000nm.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.**** shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the polish liquid which passes in detail and controlled gelation by the time about the polish liquid containing the abrasives used when grinding the ground body.

[0002]

[Description of the Prior Art] Conventionally, in case the ground body is ground by the CMP process at the time of computer components manufacture of an optical fiber, PDP glass plate polish, PDP rib polish, a magnetic disk, a magnetic tape, IC substrate, CPU, DRAM, etc., a color filter production process, etc., chemical polishing performed supplying the loose grain polish liquid by the polish slurry which becomes slide contact parts, such as this polished surface-ed and a polish sheet, from abrasives and a water solution is known.

[0003] The slurry which carried out distributed suspension of the abrasives by the fine-particles particle is used for a water solution, the above-mentioned polish liquid will be in the condition that the abrasives in a slurry sedimented, when those abrasives are coarse grain, on the other hand, when abrasives are particles, these abrasives condense it, and if time amount passes, gelation of polish liquid will produce it. If especially gelation arises, solidification of polish liquid starts, and even if it stirs, it cannot restore in the early distributed condition, and has the problem from which handling becomes complicated, without the ability performing prolonged preservation. In order to prevent these again, an acid and a base are added as occasion demands, but although a desired property is acquired, cost starts the treatment of a used slurry, and washing of the ground body. Moreover, it cannot be said that the environment top of the slurry which added the acid and the base is also desirable. In addition, the technique which raises dispersibility is variously proposed by JP,9-193004,A, JP,10-310415,A, JP,10-310416,A, etc.

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] The phenomenon of condensation of abrasives, gelation of polish liquid, and solidification occurs with the passage of time, it becomes use impossible or the polish liquid which distributed abrasives as mentioned above has a problem in respect of [, such as always needing stirring so that the above-mentioned phenomenon may not occur,] handling.

[0005] This invention is made in view of the point describing above, and it uses as an offer plug the polish liquid which was made to make easy work environment nature and waste treatment while it controls solidification by the condensation by the passage of time and gelation of polish liquid and raises maintenance and shelf life of good polish nature.

[0006]

[Means for Solving the Problem] In the polish liquid which consists of abrasives used when the polish liquid of this invention which solved the above-mentioned technical problem grinds the ground body, and a water solution, it is characterized by the electrical conductivity of the water to be used being below 0.500microS/cm (25 degrees C).

[0007] Moreover, the electrical conductivity of said water is characterized by being 0.001-0.500microS/cm (25 degrees C). As for pH of water, 5.0-6.8 are desirable at 25 degrees C. After distilling this water, ion exchange treatment of it is carried out, and it comes it small to carry out electrical conductivity by distilling again.

[0008] Moreover, it is characterized by including the alcohol of carbon numbers 1-4. As alcohol,

it is a methanol, ethanol, isopropyl alcohol, etc., and as for purity, 99% or more, the 1 or 2nd class of a reagent, and a special grade chemical are used, and the addition is 3 - 50 weight section. [0009] On the other hand, as abrasives in polish liquid, specific surface area SBET by the BET adsorption method (nitrogen adsorption process) of fine particles is characterized by using what is 5-400m²/g. The thing 15nm or less of grain size is [abrasives] especially preferably desirable 1-500nm 1-1000nm. As for these abrasives, it is desirable that at least one of silica gel, an alumina, titanium oxide, rouge, a diamond, chrome oxide, and the magnetic oxides of iron is included. It is silica gel especially preferably and purity is 98% or more. the solid content concentration of a polish liquid slurry -- 1 - 70wt% -- desirable -- 3 - 40wt% -- it is 5 - 20wt% more preferably.

[0010] Moreover, at the time of polish of the ground body, the polished surface of the ground body can be ***** in Teflon, nylon, rayon, the quality of a fiber material of PET, etc. in slide contact with polish objects, such as a polish sheet which has a polish layer on a front face, a polish tape, and coated abrasives, and it can carry out to this slide contact part by supplying polish liquid.

[0011] In addition, it is desirable to mean to a polish liquid slurry and to include neither an acid nor a base.

[0012]

[Effect of the Invention] According to above this inventions, the electrical conductivity of the water used for the polish liquid which consists of abrasives and a water solution is below 0.500microS/cm (25 degrees C). When the content of multicharged ion, such as magnesium leading to [of abrasives particles, such as a silica,] condensation and aluminum, decreases, the water with this low electrical conductivity Even if time amount passes, while generating of solidification by condensation of abrasives and gelation of polish liquid can be controlled and the handling of polish liquid becomes easy Management of the polish conditions in polish also becomes easy, a good polish property can be maintained, the treatment of a used slurry and washing of the ground body become easy because the need of including an acid and a base decreases further, and work environment can also be improved.

[0013] Moreover, if the water-soluble alcohol of carbon numbers 1-4 is added, the viscosity of polish liquid can be reduced without falling the concentration of abrasives, and much more condensation, gelation, and solidification can be controlled.

[0014]

[Embodiment of the Invention] Below the gestalt of operation of the polish approach which used the polish liquid and this polish liquid of this invention is shown, and this invention is further explained to it at a detail. The conceptual diagram of a polish condition is shown in drawing 1 .

[0015] The fiber-optic-connector ferrule as an example of the ground body 5 comes to carry out insertion immobilization of the optical fiber 7 of a glass material in the main hole of the ferrule 6 by the ceramic material. And tip polish of this ground body 5 sticks the polish object 1 (polish sheet) on the elastic bodies 11, such as rubber installed on the rotation base 10. This polish object 1 comes to have the polish layer 3 on a base material 2, makes the polish layer 3 carry out press contact of the tip of the ground body 5, it carries out the sun and planet motion of the ground body 5 relatively while it rotates the above-mentioned rotation base 10, it supplies loose grain polish liquid 16 to a polish part from the supply nozzle 15, and performs chemical polishing.

[0016] It comes to constitute polish liquid 16 from a polish slurry which it comes to add in the water solution which comes to mix alcohol, such as water (distilled water) whose electrical conductivity of 25 degrees C is below 0.500microS/cm (for example, 0.105-0.455microS/cm) about the fine particles as abrasives, and ethyl alcohol. After distilling, ion exchange treatment of the above-mentioned water is carried out, and it is distilled again and comes it small to carry out electric conduction. As for this polish liquid 16, what does not contain a base or an acid is desirable.

[0017] Moreover, as abrasives in said polish liquid 16, purity is 98% or more of silica gel, the specific surface area is 5-400m²/g (for example, 300-350m²/g), for example, grain size is 1-1000nm (for example, 5-10nm), and an addition (solid content concentration) is 1 - 70 weight section (for example, 10 weight sections).

[0018] Said polish liquid 16 is obtained by throwing in abrasives (silica gel powder) gradually and carrying out the mixed dissolution, carrying out high-speed churning of said distilled water and alcohol with an agitator. The pH can be adjusted as occasion demands, and the additive of an

antifungal agent, a dispersant, and others can be used as occasion demands, and further, since item distinction is made easy as occasion demands, a coloring agent can be used.

[0019] As a polish object 1 (polish sheet) applicable to the polish approach which uses the above-mentioned polish liquid 16, it comes to have the polish layer 3 which becomes one side of the flexible base material 2 from abrasives, a binder, etc., and a back layer may be prepared for undercoat in the rear face of a base material 2 between a base material 2 and the polish layer 3.

[0020] The abrasives as a loose grain of said polish liquid, and the abrasives used in the polish layer of a polish object With the ingredient which generally has scouring or the Takuma operation, alpha-alumina, gamma-alumina, alpha, gamma-alumina, a melting alumina, silicon carbide, chrome oxide, cerium oxide, Corundum, a man made diamond, a diamond, alpha-iron oxide, a garnet, Emery (principal component: corundum and magnetite), a garnet, silica, silicon nitride, A with a Mohs hardness of six or more ingredient can mainly use it in the combination to four sorts of ** in one by boron nitride, carbonization molybdenum, boron carbide, tungsten carbide, a titanium carbide, Tripoli, the diatom earth, a dolomite, a zirconia, the garnet, silica gel, titanium oxide, rouge, etc. The thing of the magnitude whose average grain size is 1-1000nm is used for the object for polish liquid, and the object for polish layers according to the class of ground body etc., and these abrasives are 1-500nm especially preferably.

[0021] As a binder used for the polish layer of this invention, well-known thermoplastics, thermosetting resin, reaction type resin, electron ray hardening mold resin, ultraviolet curing mold resin, visible-ray hardening mold resin, and such mixture are used conventionally.

[0022] As thermoplastics, 150 degrees C or less and average molecular weight are [10000-300000 and polymerization degree] about 50 to about 2000, and softening temperature is 200 to about 600 more preferably. For example, a vinyl chloride vinyl acetate copolymer, a vinyl chloride copolymer, a vinyl chloride vinyl acetate vinyl alcohol copolymer, A vinyl chloride vinyl alcohol copolymer, a vinyl chloride vinylidene chloride copolymer, A vinyl chloride acrylonitrile copolymer, an acrylic ester acrylonitrile copolymer, An acrylic ester vinylidene-chloride copolymer, an acrylic ester styrene copolymer, A methacrylic ester acrylonitrile copolymer, a methacrylic ester vinylidene-chloride copolymer, A methacrylic ester styrene copolymer, urethane elastomer, nylon-silicon system resin, Nitrocellulose-polyamide resin, poly hooker vinyl, a vinylidene-chloride acrylonitrile copolymer, Butadiene Acrylonitrile, polyamide resin, a polyvinyl butyral, a cellulosic (cellulose acetate butylate and cellulose die acetate —) Cellulose triacetate, cellulose propionate, a nitrocellulose, Ethyl cellulose, methyl cellulose, a propyl cellulose, methylethylcellulose, A styrene butadiene copolymer, such as a carboxymethyl cellulose and an acetyl cellulose, Various kinds of thermoplastics of a synthetic-rubber system, such mixture, etc., such as polyester resin, polycarbonate resin, a chloro vinyl ether acrylic ester copolymer, and amino resin, are used.

[0023] As thermosetting resin or reaction type resin, in the state of coating liquid, it is 200000 or less molecular weight, and that from which molecular weight becomes infinite by reactions, such as condensation and addition, is suitable by carrying out heating humidification after spreading and desiccation. Moreover, what will not be softened or fused in these resin by the time resin pyrolyzes is desirable. Specifically For example, phenol resin, phenoxy resin, an epoxy resin, Polyurethane resin, polyester resin, polyurethane polycarbonate resin, A urea-resin, melamine resin, an alkyd resin, silicon resin, acrylic reaction resin (electron ray hardening resin), The mixture of epoxy-polyamide resin, nitrocellulose melamine resin, the amount polyester resin of macromolecules, and an isocyanate prepolymer, A methacrylate copolymer and the mixture of a diisocyanate prepolymer, They are the mixture of the mixture of polyester polyol and the poly isocyanate, formaldehyde resin, and a low-molecular-weight glycol / amount diol of giant molecules / triphenylmethane triisocyanate, polyamine resin, poly imine resin, such mixture, etc.

[0024] These thermoplastics, thermosetting resin, and reaction type resin In addition to a main functional group, as a functional group A carboxylic acid (COOM), a sulfinic acid, A sulfenic acid, a sulfonic acid (SO₃M), phosphoric acid (PO (OM), (OM)), acidic groups (M — H —), such as phosphonic acid, sulfuric acids (OSO₃M), and these ester groups Alkali metal, alkaline earth metal, a hydrocarbon group, and amino acid; Aminosulfonic acid Both-sexes radicals, such as a sulfuric acid of amino alcohol or phosphoric ester, and an alkyl betaine mold, Hydroxyl groups, such as an amino group, an imino group, an imide radical, and an amide group, and an alkoxy group, A thiol group, an alkylthio group, a halogen radical (F, Cl, Br, I), It is desirable that one or more sorts of less than six-sort implications and each functional group usually contain a silyl

radical, a siloxane radical, an epoxy group, an isocyanato group, a cyano group, a nitrile group, an oxo-radical, an acrylic radical, and a phosphoretted hydrogen radical 1×10^{-6} eq- 1×10^{-2} eq per 1g of resin.

[0025] Independent or the thing put together of these binders is used, and an additive is added to others. The mixed rate of the abrasives of a polish layer and a binder is used in the range of a binder 5 – the 300 weight sections to the abrasives 100 weight section by the weight ratio. The mixed rate of the fine particles of a back layer and a binder is used in the range of a binder 8 – the 400 weight sections to the impalpable powder 100 weight section by the weight ratio. As an additive, a dispersant, lubricant, an antistatic agent, an antioxidant, a solvent, etc. are added.

[0026] As poly isocyanate used for said polish layer Tolylene diisocyanate, 4 and 4'-diphenylmethane diisocyanate, Hexamethylene di-isocyanate, xylylene diisocyanate, naphthylene-1 and 5-diisocyanate, Ortho toluidine diisocyanate, isophorone diisocyanate, triphenylmethane triisocyanate, Isocyanates, such as isophorone diisocyanate, a product with the isocyanates concerned and polyalcohol, An end functional group can use what is isocyanate by the product of the poly isocyanate of 2 – 10 ****, the poly isocyanate, and polyurethane which were generated by the condensation of isocyanates. The thing of 100–20000 is suitable for the average molecular weight of these poly isocyanates. The poly isocyanate can be used with two or the combination beyond it using an independent or hardening reactant difference. Moreover, catalysts, such as a catalyst of compound metallurgy group oxide, iron acetylacetonate, etc. which have a hydroxyl group (butanediol, hexandiol, and molecular weight are the polyurethane of 1000–10000, water, etc.) and amino groups (monomethylamine, dimethylamine, trimethylamine, etc.), can also be used together in order to promote a hardening reaction. As for the compound which has these hydroxyl groups and amino groups, it is desirable that they are many organic functions. As for these poly isocyanate, it is desirable to use a polish layer and a back layer per [2] total amount 100 weight section of binder resin and the poly isocyanate – in 70 weight sections, and it is 5 – 50 weight section more preferably.

[0027] As powdered lubricant used for said polish object, there is resin impalpable powder, such as non-subtlety powder, such as graphite, molybdenum disulfide, boron nitride, graphite fluoride, a calcium carbonate, a barium sulfate, oxidization silicon, titanium oxide, a zinc oxide, tin oxide, and a tungsten disulfide, acrylic styrene resin impalpable powder, benzoguanamine system resin impalpable powder, melamine system resin impalpable powder, polyolefine system resin impalpable powder, polyester system resin impalpable powder, polyamide system resin impalpable powder, polyimide system resin impalpable powder, and the Pori Hooker ethylene resin impalpable powder, etc.

[0028] moreover -- as organic compound system lubricant -- a silicone oil (a dialkyl polysiloxane --) A dialkoxy polysiloxane, a phenyl polysiloxane, a fluoro alkyl polysiloxane (KF96 by the Shin-etsu chemistry company, KF69 grade), a fatty-acid denaturation silicone oil, fluorine alcohol, and polyolefine (polyethylene wax --) Polyglycols, such as polypropylene (ethylene glycol, polyethylene oxide wax, etc.), A tetrafluoroethylene oxide wax, a poly tetrafluoro glycol, Perfluoro alkyl ether, a perfluoro fatty acid, perfluoro fatty acid ester, A perfluoroalkyl sulfate, a perfluoroalkyl sulfonate, The compound which introduced fluorine and silicon, such as perfluoroalkyl benzenesulfonic acid ester and perfluoroalkyl phosphoric ester, Alkyl-sulfuric-acid ester, an alkyl sulfonate, alkyl phosphonic acid triester, Alkyl phosphonic acid monoester, alkyl phosphonic acid diester, An organic acid and organic-acid ester compounds, such as alkyl phosphoric ester and succinate, TORIAZA indolizine, a tetraaza indene, benzotriazol, The complex (hetero) ring compound containing nitrogen and sulfur, such as benzotriazine, benzodiazole, and EDTA, The a little salt machine nature fatty acid of carbon numbers 10–40, the alcohol of the monovalence of 2–40 carbon numbers, or the alcohol of bivalence, The fatty acid ester it is incomparable from any one of trivalent alcohol, tetravalent alcohol, and the alcohol of 6 **, or two or more The fatty acid of the fatty acid ester and the carbon numbers 8–40 which consist of alcohol of monovalence – 6 ** with which it totals with the carbon number of the a little salt machine nature fatty acid of ten or more carbon numbers and this fatty acid, and a carbon number becomes 11–70 pieces or fatty-acid amides, fatty-acid alkylamide, and fatty alcohol can be used.

[0029] As a concrete example of these compounds, caprylic-acid butyl, caprylic-acid octyl, Lauric-acid ethyl, lauric-acid butyl, lauric-acid octyl, myristic-acid ethyl, Myristic-acid butyl, myristic-acid octyl, myristic-acid 2 ethylhexyl, Palmitic-acid ethyl, palmitic-acid butyl, palmitic-

acid octyl, Palmitic-acid 2 ethylhexyl, stearin acid ethyl, butyl stearate, Stearin acid isobutyl, stearin acid octyl, stearin acid 2 ethylhexyl, Stearin acid amyl, stearin acid isoamyl, stearin acid 2 ethyl pentyl, Stearin acid 2 hexyl DESHIRU, stearin acid iso tridecyl, octadecanamide, Stearin acid alkylamide, stearin acid butoxy ethyl, anhydro sorbitan monostearate, Anhydro sorbitan distearate, anhydro sorbitan tristearate, independent [be / anhydro sorbitan tetra-stearate, oleyl olate, oleyl alcohol, lauryl alcohol, a montan wax, carnauba wax, etc. / and] -- or it can be combined and used.

[0030] moreover, as lubricant used for said polish object that lubricating oil additive is also independent or the antioxidant (alkylphenol --) which can combine, come out and use it and is known as a rusr-proofer Benzotriazine, a tetraaza indene, sulfamide, guanidine, Metal chelating agents, such as a nucleic acid, a pyridine, an amine, a hydroquinone, and EDTA, A **** agent (a naphthenic acid, an alkenyl succinic acid, phosphoric acid, dilauryl phosphate, etc.), There are oily agents (rapeseed oil, lauryl alcohol, etc.), an extreme pressure agent, detergent dispersants (a dibenzyl sulfide, tricresyl phosphate, tributyl phosphite, etc.), a viscosity index improver, a pour point depressant, a **** agent, etc. These lubricant is added in the range of 0.01 - 30 weight section to the binder 100 weight section.

[0031] As the dispersant used for said polish liquid or said polish object, and a distributed assistant A caprylic acid, a capric acid, a lauric acid, a myristic acid, a palmitic acid, Stearin acid, oleic acid, an elaidic acid, linolic acid, a linolenic acid, the fatty acid ($R - 1 \text{ COOH}$) of 2-40 carbon numbers, such as a steer roll acid, behenic acid, a maleic acid, and a phthalic acid R1 The alkyl group of 1-39 carbon numbers, a phenyl group, an aralkyl radical, The metallic soap (copper oleate), the fatty-acid amide which consist of the alkali metal (Li, Na, K, NH_4^+ , etc.) of the aforementioned fatty acid or alkaline earth metal (Mg, calcium, Ba, etc.), Cu, Pb, etc.; lecithin (soybean-oil lecithin) etc. is used. In addition, the higher alcohol (a butanol, octyl alcohol, myristyl alcohol, stearyl alcohol) of carbon numbers 4-40 and these sulfates, a sulfonic acid, a phenyl sulfonic acid, an alkyl sulfonic acid, a sulfonate, phosphoric acid monoester, a phosphodiester, phosphoric acid triester, Tripoli phosphoric acid, alkyl phosphonic acid, phenylphosphonic acid, an amine compound, etc. are usable. Moreover, a polyethylene glycol, polyethylene oxide, sulfo succinic acid, a sulfo succinic acid metal salt, sulfo succinate, etc. are usable. These dispersants are usually used by one or more kinds, and one kind of dispersant is added in the range of 0.005 - 20 weight section to the binder 100 weight section. The operation of these dispersants may be made to put on the front face of abrasives or non-grinding impalpable powder beforehand, and is in the middle of distributed, and may be added.

[0032] as the antifungal agent used for said polish liquid and said polish object -- a 2-(4-thiazolyl)-benzimidazole N-(fluoro dichloro methylthio)-phthalimide, 10 and the 10'-oxy-screw FENOKI sarcine, 2, 4, 5 and 6 tetra-chloro isophthalonitrile, P-tolyl diiodomethyl sulfone, triiodo allyl alcohol, a dihydroaceto acid, phenyl oleic acid mercury, an oxidization screw (tributyl tin), and a SARUCHIRUA scallion -- there is id etc.

[0033] As an antistatic agent used for a polish object, carbon black can be used, for example, the furnace for rubber, the black for thermal ** colors for rubber, acetylene black, etc. can be used. As for the specific surface area, it is desirable that 10-400ml / 100g, and pH are [0.1 - 10% and the tap density of 2-10, and water content] 0.1 - 1 g/cm² for 5-500m²/g and DBP oil absorption. Moreover, surface treatment of the carbon black can be carried out with a dispersant etc., or what was graphite-ized by resin can also be used.

[0034] As antistatic agents other than the carbon black used for a polish object Graphite, denaturation graphite, a carbon black graft polymer, Natural surfactants [such as a conductive powder; saponin], such as tin oxide-antimony oxide, tin oxide, and titanium oxide-tin oxide-antimony oxide; An alkylene oxide system, A glycerol system, a glycidol system, polyhydric alcohol, polyhydric-alcohol ester, Nonionic surface active agents, such as an alkylphenol EO adduct; High-class alkylamines An annular amine, a hydantoin derivative, an amide amine, an ester amide, Cationic surface active agents, such as quarternary ammonium salt, heterocycles of a pyridine and others, phosphonium, or sulfonium; A carboxylic acid, A sulfonic acid, phosphonic acid, phosphoric acid, a sulfate radical, phosphonate, The anionic surface active agent; amino acid containing acidic groups, such as a phosphoric ester radical; amphoteric surface active agents, such as a sulfuric acid of aminosulfonic acid and amino alcohol or phosphoric ester, and an alkyl betaine mold, etc. are used. a surfactant is independent -- or you may mix and add. The amount of these surfactants used in a polish object is per [0.01] abrasives 100 weight section -

10 weight sections. Moreover, the amount of the back layer used is per [0.01] binder 100 weight section – 30 weight sections. Although these are used as an antistatic agent, it may sometimes be applied as the other purposes, for example, amelioration of distribution, lubricative amelioration, a spreading assistant, a wetting agent, a hardening accelerator, and a distributed accelerator.

[0035] As an organic solvent used in the case of distribution of said polish object, kneading, and spreading By the ratio of arbitration, an acetone, a methyl ethyl ketone, methyl isobutyl ketone, Ketone systems, such as a cyclohexanone, an isophorone, and a tetrahydrofuran; A methanol, Ethanol, propanol, a butanol, isobutyl alcohol, isopropyl alcohol, Alcoholic systems, such as methyl cyclohexanol; Methyl acetate, ethyl acetate, Ester systems, such as butyl acetate, isobutyl acetate, isopropyl acetate, ethyl lactate, and the acetic-acid glycol monoethyl ether; Diethylether, A tetrahydrofuran, glycol wood ether, the glycol monoethyl ether, Ether systems, such as dioxane; Benzene, toluene, a xylene, cresol, Tar systems, such as chlorobenzene and styrene (aromatic hydrocarbon); A methylene chloride, Chlorinated hydrocarbons, such as ethylene chloride, a carbon tetrachloride, chloroform, ethylene chlorohydrine, and dichlorobenzene, N and N-dimethyl formaldehyde, a hexane, etc. can be used. Moreover, these solvents are usually used by the ratio of arbitration at two or more sorts. Moreover, the impurities (the polymerization object of a solvent own [the], moisture, raw material component, etc.) of a minute amount may also be included in 1 or less % of the weight of an amount. These solvents are used in the 50 – 20000 weight section to the sum total solid content 100 weight section of a polish coating. The rate of solid content of a desirable polish coating is 5 – 60 % of the weight. Drainage system solvents (water, alcohol, acetone, etc.) can also be used instead of an organic solvent.

[0036] It dissolves in a solvent at arbitration combining the above-mentioned presentation etc., and formation of a polish layer is applied and dried on a base material as a spreading solution. This base material has flexibility and thickness is about 25–300 micrometers. As a material, ceramics, such as metals, such as aluminum and copper, and glass, etc. can be used other than plastics, such as vinyl system resin, such as cellulose, such as polyolefines, such as polyester, such as polyethylene terephthalate and polyethylenenaphthalate, and polypropylene, cellulose triacetate, and cellulose diacetate, and a polyvinyl chloride, a polycarbonate, polyimide, a polyamide, and polysulfone. These base materials may perform corona discharge treatment, plasma treatment, undercoat processing, heat treatment, dust-removing dust processing, metal vacuum evaporatio no processing, and alkali treatment in advance of spreading.

[0037] There is especially no limit in the approach of distribution and kneading, and the addition sequence of each component, the addition location under distribution / kneading (resin, fine particles, lubricant, solvent, etc.), distributed temperature (0–80 degrees C), etc. can be set up suitably. A kneading machine or a disperser, for example, 2 roll mills, 3 roll mills, a ball mill, a pebble mill, a TRON mill, a Sand grinder, TSUEGUBARI (Szegvari) attritor, a high-speed impeller disperser, a high-speed stone mill, a high-speed impact mill, DISUPA, a kneader, a high speed mixer, a ribbon blender, a ko kneader, an intensive mixer, a tumbler, a blender, the De Dis parser, a homogenizer, a monopodium screw extruder a usual 2 shaft screw extruder, a usual ultrasonic disperser, etc. can be used for preparation of a polish coating. Usually, distribution and kneading are equipped with two or more these distributions and kneading machines, and it processes continuously. Since distribution and kneading are efficiently advanced as an auxiliary material of these distributions and kneading, the steel ball of the path of 10cm phi–0.05mmphi, a steel bead, a ceramic bead, a glass bead, and an organic polymer bead can be used with a spherical equivalent diameter. Moreover, these ingredients are not restricted to a globular form.

[0038] As an approach of applying the aforementioned coating liquid for polish layers to up to a base material, the viscosity of coating liquid is adjusted to one to 20000 centistokes (25 degrees C), the Ayr doctor coating machine, a blade coating machine, an air knife coating machine, a squeeze coating machine, a sinking-in coating machine, a reverse roll coater, a transfer roll coater, a gravure coating machine, a kiss coating machine, a cast coating machine, a spray coater, a rod coating machine, a forward rotation roll coater, a curtain coating machine, an extrusion coating machine, a bar coating machine, lip coater, etc. can be used, and the other approaches are also possible Moreover, when considering a polish layer as a multilayer configuration, coincidence multilayer spreading, serial multilayer spreading, etc. may be performed.

[0039] By such approach, the coating liquid applied on the base material dries the formed polish layer in thickness of about 5–25 micrometers, drying at 20 degrees C (room temperature) – 130 degrees C on a multistage story. And calender processing is performed, in order to adjust the surface roughness of the polish layer front face formed as mentioned above and to raise smooth nature. It is desirable that at least one of the calendering rolls in this calender processing pressurizes after this metal roll has contacted the polish layer front face with a metal roll. Moreover, a plastics roll with thermal resistance, such as epoxy, polyimide, a polyamide, and polyimidoamide, can be used for a calendering roll, and it can also process with metal rolls.

[0040] As for the above manufacture approaches, it is desirable to perform the process of conditioning and surface treatment of fine particles, kneading and distribution, spreading and desiccation, data smoothing, heat treatment, EB processing, ultraviolet curing processing, surface polish processing, and rolling up continuously.

[0041] The rolled-round polish object forms polish objects, such as a polish sheet of a predetermined configuration, by punching processing, decision processing, etc. Before carrying out these processings, it is desirable varnishing and/or to clean future polish objects. Varnishing fails to mutilate the projection part of a polished surface with a hard ingredient like a sapphire cutting edge, a razor cutting edge, a superhard ingredient cutting edge, a diamond cutting edge, and a ceramic cutting edge, and specifically makes a polish object smooth. Although eight or more are desirable as for the Mohs hardness of these ingredients, there is especially no limit and it just removes a projection. Especially the configuration of these ingredients does not need to be a cutting edge, and can be used also in a square shape, a round shape, and a configuration like a wheel (these quality of the materials may be given to the cylindrical shape-like perimeter to rotate). Moreover, cleaning of a polish object is performed by carrying out wiping of the surface with a nonwoven fabric etc. in order to remove surface dirt and excessive lubricant.

[0042]

[Example] Below, below the example and the example of a comparison of this invention are shown, and the property is evaluated. In addition, the "section" in an example shows the "weight section."

[0043] After coming for the following presentation A to adjust the polish liquid of the example of a <examples 1–4> book and distilling water, ion exchange treatment was carried out and the polish liquid (slurry) of examples 1–4 was created by distilling again with the water with which electrical conductivity $\mu\text{S}/\text{cm}$ (25 degrees C) differs as shown in Table 1. In addition, electrical conductivity is below $0.5\mu\text{S}/\text{cm}$, and as for the water of the polish liquid of examples 1–4, electrical conductivity is large as it becomes an example 4 from an example 1. Moreover, pH of these water is shown in Table 1.

[0044] As it comes for presentation A to adjust the polish liquid as an example of a comparison to the <examples 1 and 2 of comparison> said appearance and it was shown in Table 1 at it, electrical conductivity created the polish liquid (slurry) of the examples 1 and 2 of a comparison using larger water than $0.5\mu\text{S}/\text{cm}$. In addition, in the example 2 of a comparison, the electrical conductivity of water has become still larger from the example 1 of a comparison. pH of water is similarly shown in Table 1.

[0045] The evaluation result of the polish nature after the three-month passage of time is shown in Table 1 at the description after the initial state in the polish liquid of the above examples 1–4 and the examples 1 and 2 of a comparison, one month, three months, and the three-month passage of time, and a list. As conditions with the passage of time, they are the temperature of 23 degrees C, and 60% of humidity RH. moreover, the description after an initial state and the passage of time — the judgment expresses the all seems well in which O has not generated condensation of abrasives, gelation of polish liquid, or solidification. Evaluation of polish nature uses each polish liquid for actual polish, and the thing and x from which, as for O, the predetermined polish property was acquired show the condition that the supply impossible and polish nature to a polish part was not obtained by gelation or solidification of polish liquid.

[0046] In addition, although the polish sheet used for evaluation of said polish nature is not specifically shown, it applies to a base material the polish layer coating liquid which adjusted abrasives, a binder, distributed material, lubricant, a solvent, etc. by the predetermined presentation, and comes to form a polish layer. The sun and planet motion of the fiber-optic-connector FE rule is carried out on it, and the tip was contacted in the polish layer, and it ground, supplying loose grain liquid with each polish liquid, sticking this polish sheet on the rotor

plate made of rubber, and rotating this rotor plate.

[0047]

[polish liquid presentation: A]

Abrasives: Silica gel (average grain size: 5nm, specific-surface-area:350m²/g) The ten sections Water (distilled water) The 85 sections Ethyl alcohol The five sections [0048]

[Table 1]

	電気伝導度 μS/cm	水の pH	経時性状			研磨性 3ヶ月後
			初期状態	1ヶ月後	3ヶ月後	
実施例 1	0. 1 0 5	6. 1	○	○	○	○
実施例 2	0. 2 2 6	6. 2	○	○	○	○
実施例 3	0. 3 6 1	6. 1	○	○	○	○
実施例 4	0. 4 5 5	5. 9	○	○	○	○
比較例 1	0. 6 6 8	6. 2	○	○	×	×
比較例 2	0. 7 5 8	6. 3	○	×	×	×

[0049] As a result of the above-mentioned table 1, gelation and solidification were looked at for the polish liquid by this invention examples 1-4 by the initial-state list at neither after the passage of time of one month and three months after, but the condition is normal and good polish nature was also obtained. On the other hand, in the examples 1 and 2 of a comparison, although each initial state was normal, especially, in the high example 2 of a comparison, it gelled one month after, and the electrical conductivity of water gelled three months after in the example 1 of a comparison, and, as for the polish nature with good all, was not obtained.

[0050] It comes for the following presentation B to adjust the polish liquid of the example of a <examples 5 and 6> book, and after distilling water, ion exchange treatment was carried out, and by distilling again, as shown in Table 2, it used the water which made electrical conductivity 0.363microS/cm (25 degrees C), and created the polish liquid (slurry) of the examples 5 and 6 which adjusted pH with the addition of a potassium-hydroxide water solution as shown in Table 2.

[0051] <Example 3 of a comparison> As it comes for presentation B to adjust the polish liquid as an example of a comparison and it was similarly shown in Table 2, while using water with larger electrical conductivity than 0.5microS/cm, the polish liquid (slurry) of the example 3 of a comparison which adjusted pH was created.

[0052] The evaluation result of the polish nature after the three-month passage of time is shown in Table 2 at the description after the initial state in the polish liquid of the above examples 5 and 6 and the example 3 of a comparison, one month, three months, and the three-month passage of time, and a list. Evaluation conditions are the same as that of the case of Table 1.

[0053]

[polish liquid presentation: B]

Abrasives: Silica gel (average grain size: 10nm, specific-surface-area:300m²/g) The ten sections Water (distilled water) The 80 sections Ethyl alcohol The ten sections Propylene glycol 200 ppm Potassium-hydroxide water solution pH adjustment [0054]

[Table 2]

	電気伝導度 μS/cm	スラリー pH	経時性状			研磨性 3ヶ月後
			初期状態	1ヶ月後	3ヶ月後	
実施例 5	0. 3 6 3	3. 5 6	○	○	○	○
実施例 6	0. 3 6 3	3. 5 3	○	○	○	○
比較例 3	0. 7 5 4	3. 7 5	○	×	×	×

[0055] As a result of the above-mentioned table 2, gelation and solidification were looked at for the polish liquid by this invention examples 5 and 6 by the initial-state list at neither after the passage of time of one month and three months after, but the condition is normal and good polish nature was also obtained. On the other hand, in the example 3 of a comparison, although the initial state was normal, one month after it gelled because the electrical conductivity of

water is high, and good polish nature was not obtained. In addition, with the polish liquid of whenever [pH / of extent shown in the above-mentioned examples 5 and 6 and the example 3 of a comparison], the waste fluid after use can be discarded by no sedimentation processing. [0056] In addition, if a base is added and pH is made about into nine even if it uses water with the larger electrical conductivity of water than 0.5microS/cm, the gelation after the passage of time can be controlled, but the waste fluid of the polish liquid which added the base in this way needs special neutralization processing, and in order that damage on a grinding machine may also treat a base, it needs to be maintained for every half a year. It is desirable even if it takes into consideration work environment in case polish liquid disperses at the time of polish with this invention polish liquid of this point and said examples 1-6.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIPJ are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.**** shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

DESCRIPTION OF DRAWINGS

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] The front view showing notionally the polish condition of the connector ferrule for optical fibers with the polish liquid concerning the gestalt of one operation of this invention

[Description of Notations]

1 Polish Object

2 Base Material

3 Polish Layer

5 Connector Ferrule for Optical Fibers

6 Ferrule

7 Optical Fiber

10 Base

11 Elastic Body

15 Supply Nozzle

16 Polish Liquid

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

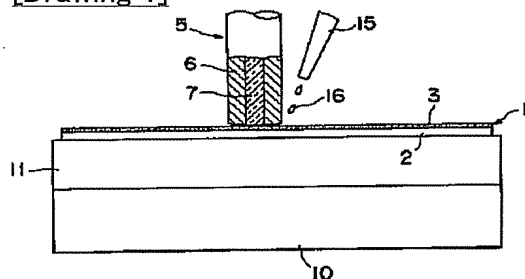
1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.*** shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

DRAWINGS

[Drawing 1]



[Translation done.]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-240849

(P2001-240849A)

(43) 公開日 平成13年9月4日 (2001.9.4)

(51) Int.Cl. ⁷	識別記号	F I	テームコード* (参考)
C 0 9 K 3/14	5 5 0	C 0 9 K 3/14	5 5 0 Z 3 C 0 4 9
			5 5 0 C 3 C 0 5 8
B 2 4 B 37/00		B 2 4 B 37/00	H
H 0 1 L 21/304	6 2 2	H 0 1 L 21/304	6 2 2 D
// B 2 4 B 19/00	6 0 3	B 2 4 B 19/00	6 0 3 B
審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 8 頁)			

(21) 出願番号 特願2000-50765 (P2000-50765)

(22) 出願日 平成12年2月28日 (2000.2.28)

(71) 出願人 000005201

富士写真フイルム株式会社

神奈川県南足柄市中沼210番地

(72) 発明者 岡毛 克己

東京都港区西麻布2丁目26番30号 富士写真フイルム株式会社内

(74) 代理人 100073184

弁理士 柳田 征史 (外1名)

Fターム(参考) 3C049 AA07 CA01 CB04 CB10

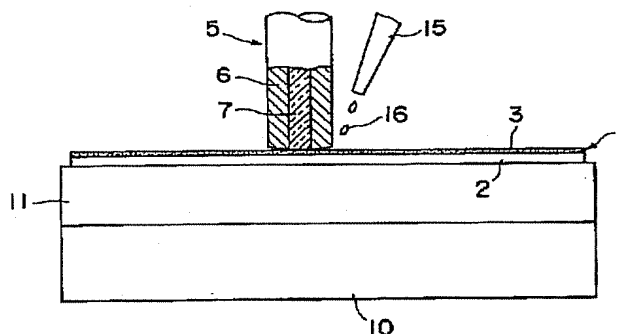
3C058 AA07 CB04 CB10 DA12 DA17

(54) 【発明の名称】 研磨液

(57) 【要約】

【課題】 水溶液に研磨材を分散してなる研磨液の経時による凝集およびゲル化による固化を抑制し取り扱い性を改善し良好な研磨性を確保する。

【解決手段】 被研磨体5を研磨するときに用いる研磨材と水溶液からなる研磨液16であって、この研磨液16に使用する水の電気伝導度が、 $0.500\mu\text{S}/\text{cm}$ (25°C) 以下で、多価イオンの含有量を低減することなどで凝集を抑制する。



【特許請求の範囲】
【請求項1】 被研磨体を研磨するときに用いる研磨材と水溶液からなる研磨液において、
該研磨液に使用する水の電気伝導度が、 $0.500\mu\text{S}/\text{cm}$ （ 25°C ）以下であることを特徴とする研磨液。
【請求項2】 水の電気伝導度が、 $0.001\sim 0.500\mu\text{S}/\text{cm}$ （ 25°C ）であることを特徴とする請求項1に記載の研磨液。
【請求項3】 水は蒸留した後、イオン交換処理し、再度蒸留してなることを特徴とする請求項1に記載の研磨液。
【請求項4】 炭素数1～4のアルコールを含むことを特徴とする請求項1に記載の研磨液。
【請求項5】 研磨材粉体の比表面積が $5\sim 400\text{m}^2/\text{g}$ であることを特徴とする請求項1に記載の研磨液。
【請求項6】 研磨材粉体の粒子サイズが $1\sim 1000\text{nm}$ であることを特徴とする請求項1に記載の研磨液。
【発明の詳細な説明】
【0001】
【発明の属する技術分野】 本発明は、被研磨体を研磨するときに用いる研磨材を含有する研磨液に関し、詳しくは、研磨液によるゲル化を抑制するようにした研磨液に関するものである。
【0002】
【従来の技術】 従来より、光ファイバー、PDPガラス板研磨、PDPリソ研磨、磁気ディスク、磁気テープ、IC基板、CPUやDRAM等のコンピュータ部品製造時のCMP工程、カウティング工程などで被研磨体を研磨する際に、この被研磨面と研磨シート等の摺接部分に研磨材と水溶液とからなる研磨スラリーによる遊離砥粒研磨液を供給しつつ行う湿式研磨が知られている。
【0003】 上記研磨液は、水溶液に粉体粒子による研磨材を分散懸濁したスラリーが使用され、その研磨材が粗粒子の場合にはスラリー中の研磨材が沈降した状態となり、一方、研磨材が微粒子の場合にはこの研磨材が凝集し、時間が経過すると研磨液のゲル化が生じる。特にゲル化が生じると研磨液の固化が始まり、攪拌しても初期の分散状態に修復が不可能であり、長期間の保存が行えずに取り扱いが煩雑となる問題を有している。また、これらが防止するために酸や塩基を必要により添加するが、所望の特性は得られるものの、使用済みスラリーの処置、被研磨体の洗浄に経費がかかる。また酸や塩基を添加したスラリーは環境上も好ましいと言えない。そのほか分散性を高める技術が、特開平9-193004号、特開平10-310415号、特開平10-310416号などに種々提案されている。
【0004】
【発明が解決しようとする課題】 前述のように研磨材を分散した研磨液は、時間の経過とともに研磨材の凝集、

研磨液のゲル化および固化の現象が発生して使用不能となったり、上記現象が発生しないように常時攪拌を必要とするなどの取り扱い面での問題を有する。
【0005】 本発明は上記点に鑑みなされたものであって、研磨液の経時による凝集とゲル化による固化を抑制し良好な研磨性の維持と保存性を高めるとともに作業環境性および廃棄物処理を容易にするようにした研磨液を提供せんとするものである。
【0006】

【課題を解決するための手段】 上記課題を解決した本発明の研磨液は、被研磨体を研磨するときに用いる研磨材と水溶液からなる研磨液において、使用する水の電気伝導度が、 $0.500\mu\text{S}/\text{cm}$ （ 25°C ）以下であることを特徴とするものである。
【0007】 また、前記水の電気伝導度が、 $0.001\sim 0.500\mu\text{S}/\text{cm}$ （ 25°C ）であることを特徴とする。水のpHは、 2.5°C で $5.0\sim 6.8$ が望ましい。この水は蒸留した後、イオン交換処理し、再度蒸留することによって電気伝導度を小さくしてなる。
【0008】 また、炭素数1～4のアルコールを含むことを特徴とする。アルコールとしては、メタノール、エタノール、イソプロピルアルコール等であり、純度は99%以上、試薬1、2級、試薬特級が用いられ、その添加量は3～50重量部である。
【0009】 一方、研磨液中の研磨材としては、粉体の研磨材は、粒子サイズが $1\sim 1000\text{nm}$ 、好ましくは $1\sim 500\text{nm}$ 、特に 15nm 以下のものが好ましい。この研磨材は、シリカゲル、アルミナ、酸化チタン、弁柄、ダイヤモンド、酸化クロム、磁性酸化鉄の少なくとも一つを含むのが好ましい。特に好ましくはシリカゲルで、純度は98%以上である。研磨液スラリーの固形分濃度は、 $1\sim 70\text{wt}\%$ 、好ましくは $3\sim 40\text{wt}\%$ 、より好ましくは $5\sim 20\text{wt}\%$ である。
【0010】 また、被研磨体の研磨時には、被研磨体の研磨面を、表面に研磨層を有する研磨シート、研磨テープ、研磨布紙等の研磨体に摺接するか、チフロン、ナイロン、レーヨン、PETの繊維材質などに摺接して、この摺接部分に研磨液を供給して行うことができる。
【0011】 なお、研磨液スラリーには意図して酸や塩基を含ませないのが望ましい。
【0012】
【発明の効果】 上記のような本発明によれば、研磨材と水溶液からなる研磨液に使用する水の電気伝導度が $0.500\mu\text{S}/\text{cm}$ （ 25°C ）以下であり、この電気伝導度が低い水はシリカ等の研磨材粒子の凝集要因となるゲル化、アルミニウム等の多価イオンの含有量が少なくなることにより、時間が経過しても研磨材の凝集および研磨液のゲル化による固化の発生を抑制することが

でき、研磨液の取り扱いが容易となるとともに、研磨における研磨条件の管理も容易となつて良好な研磨特性を維持することができ、さらに、酸や塩基を含ませる必要が少なくなること使用済みスラリーの処置、被研磨体の洗浄が容易となり、作業環境も改善できる。

【0013】また、炭素数1~4の水溶性アルコールを添加すると、研磨材の濃度を低下することなく研磨液の粘度を低下させることができ、より一層の凝集、ゲル化、固化を抑制できる。

【0014】

【発明の実施の形態】以下に、本発明の研磨液およびこの研磨液を使用した研磨方法の実施の形態を示し、本発明をさらに詳細に説明する。図1に研磨状態の概念図を示す。

【0015】被研磨体5の一例としての光コネクタフェルールは、セラミック素材によるフェルール6の中心穴にガラス素材の光ファイバー7を挿入固定してなる。そして、この被研磨体5の先端研磨は、回転台10上に設置したゴム等の弾性体11に研磨体1（研磨シート）を貼り付け、この研磨体1は支持体2上に研磨層3を有してなり、研磨層3に被研磨体5の先端を押圧接触させ、上記回転台10を回転させるとともに被研磨体5を相対的に遊星運動させ、供給ノズル15から研磨部分に遊離砥粒研磨液16を供給して湿式研磨を行う。

【0016】研磨液16は、研磨材としての粉体を、25℃の電気伝導度が0.500μS/cm以下（例えば0.105~0.455μS/cm）である水（蒸留水）およびエチルアルコール等のアルコールを混合してなる水溶液に添加してなる研磨スラリーで構成してなる。上記水は蒸留した後、イオン交換処理し、再度蒸留して電気伝導を小さくしてなる。この研磨液16は塩基もしくは酸を含まないものが望ましい。

【0017】また、前記研磨液16中の研磨材としては、例えば、純度が98%以上のシリカゲルであり、その比表面積は5~400m²/g（例えば300~350m²/g）であり、粒子サイズは1~1000nm（例えば5~10nm）であり、添加量（固形分濃度）は1~70重量部（例えば10重量部）である。

【0018】前記研磨液16は、前記蒸留水およびアルコールをアジターで高速攪拌しながら、研磨材（シリカゲル粉末）を徐々に投入し混合溶解することによって得られる。そのpHは必要により調整することができ、また、必要により防黴剤、分散剤その他の添加剤を使用することができ、さらに、必要により品目判別を容易にするため着色剤を用いることができる。

【0019】上記研磨液16を使用する研磨方法に適用可能な研磨体1（研磨シート）としては、可撓性支持体2の片面に研磨材とバインダー等からなる研磨層3を有してなり、また、支持体2と研磨層3の間に下塗層を、支持体2の裏面にバック層を設けてもよい。

【0020】前記研磨液の遊離砥粒としての研磨材、および研磨体の研磨層で用いられる研磨材は、一般的に研磨作用若しくは琢磨作用をもつ材料で、α-アルミナ、γ-アルミナ、α, γ-アルミナ、熔融アルミナ、炭化珪素、酸化クロム、酸化セリウム、コランダム、人造ダイヤモンド、ダイヤモンド、α-酸化鉄、ザクロ石、エメリー（主成分：コランダムと磁鉄鉱）、ガーネット、珪石、窒化珪素、窒化硼素、炭化モリブデン、炭化硼素、炭化タングステン、チタンカーバイド、トリポリ、ケイソウ土、ドロマイト、ジルコニア、ガーネット、シリカゲル、酸化チタン、弁柄等で、主としてモース硬度6以上の材料が1内至4種迄の組み合わせで使用できる。これらの研磨材は研磨液用および研磨層とともに、平均粒子サイズが1~1000nmの大きさのものが被研磨体の種類等に応じて使用され、特に好ましくは1~500nmである。

【0021】本発明の研磨層に使用されるバインダーとしては、従来公知の熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂、反応型樹脂、電子線硬化型樹脂、紫外線硬化型樹脂、可視光線硬化型樹脂やこれらの混合物が使用される。

【0022】熱可塑性樹脂としては、軟化温度が150℃以下、平均分子量が10000~300000、重合度が約50~2000程度のものでより好ましくは200~600程度である。例えば塩化ビニル酢酸ビニル共重合体、塩化ビニル共重合体、塩化ビニル酢酸ビニルビニルアルコール共重合体、塩化ビニルビニルアルコール共重合体、塩化ビニル塩化ビニリデン共重合体、塩化ビニルアクリロニトリル共重合体、アクリル酸エステルアクリロニトリル共重合体、アクリル酸エステル塩化ビニリデン共重合体、アクリル酸エステルスチレン共重合体、メタクリル酸エステルアクリロニトリル共重合体、メタクリル酸エステル塩化ビニリデン共重合体、メタクリル酸エステルスチレン共重合体、ウレタンエラストマー、ナイロン-シリコン系樹脂、ニトロセルロースポリアミド樹脂、ポリフッカビニル、塩化ビニリデンアクリロニトリル共重合体、ブタジエンアクリロニトリル共重合体、ポリアミド樹脂、ポリビニルブチラール、セルロース誘導体（セルロースアセテートブチレート、セルロースダイアセテート、セルローストリアセテート、セルロースプロピオネート、ニトロセルロース、エチルセルロース、メチルセルロース、プロピルセルロース、メチルエチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、アセチルセルロース等）、スチレンブタジエン共重合体、ポリエステル樹脂、ポリカーボネート樹脂、クロロビニルエーテルアクリル酸エステル共重合体、アミノ樹脂など各種の合成ゴム系の熱可塑性樹脂およびこれらの混合物等が使用される。

【0023】熱硬化性樹脂または反応型樹脂としては、塗布液の状態では20000以下の分子量であり、塗布、乾燥後に加熱加湿することにより、縮合、付加等の

【0026】前記磨層に用いるポリイソブレンと、ポリブテンポリイソブレン、4,4'-ジエニルメタレンジイソブレン、ヘキサメチレンジイソブレン、キシリレンジイソブレン、ナフチレン-1,5-ジイソブレン、オートルイジイソブレン、イソホロジイソブレン、トリフェニルメタレンジイソブレン、イソホロジイソブレン、タレントイソブレン、当該イソブレン類とポリイソブレンとの生成物、イソブレン類の縮合によって得られる。

ールもしくは二価のアルコール、三価のアルコール、四価のアルコール、六価のアルコールのいずれか1つもしくはは2つ以上とからなる脂肪酸エステル類、炭素数10個以上の一塩基性脂肪酸と該脂肪酸の炭素数と合計して炭素数が11～70個となる一価～六価のアルコールからなる脂肪酸エステル類、炭素数8～40の脂肪酸或いは脂肪酸アミド類、脂肪酸アルキルアミド類、脂肪族アルコール類も使用できる。

【0029】これら化合物の具体的な例としては、カプリル酸ブチル、カプリル酸オクチル、ラウリン酸エチル、ラウリン酸ブチル、ラウリン酸オクチル、ミリスチン酸エチル、ミリスチン酸ブチル、ミリスチン酸オクチル、ミリスチン酸2エチルヘキシル、パルミチン酸エチル、パルミチン酸ブチル、パルミチン酸オクチル、パルミチン酸2エチルヘキシル、ステアリン酸エチル、ステアリン酸ブチル、ステアリン酸イソブチル、ステアリン酸オクチル、ステアリン酸2エチルヘキシル、ステアリン酸アミル、ステアリン酸イソアミル、ステアリン酸2エチルペンチル、ステアリン酸2ヘキシルデシル、ステアリン酸イソトリデシル、ステアリン酸アミド、ステアリン酸アルキルアミド、ステアリン酸ブトキシエチル、アンヒドロソルピタンモノステアレート、アンヒドロソルピタンジステアレート、アンヒドロソルピタンテトラステアレート、オレイルオレート、オレイルアルコール、ラウリルアルコール、モンタンワックス、カルナウバワックス等があり単独若しくは組み合わせ使用できる。

【0030】また前記研磨体中使用される潤滑剤としては、潤滑油添加剤も単独若しくは組み合わせで使用でき、防錆剤として知られている酸化防止剤（アルキルフェノール、ベンゾトリアジン、テトラアザインデン、スルファミド、グアニジン、核酸、ピリジン、アミン、ヒドロキノン、EDTA等の金属キレート剤）、錆止め剤（ナフテン酸、アルケニルコハク酸、燐酸、ジラウリルフォスフェート等）、油性剤（ナタネ油、ラウリルアルコール等）、極圧剤（ジベンジルスルフィド、トリクレジルフォスフェート、トリブチルホスファイト等）、清浄分散剤、粘度指数向上剤、流動点降下剤、泡どめ剤等がある。これらの潤滑剤はバインダー100重量部に対して0.01～30重量部の範囲で添加される。

【0031】前記研磨液または前記研磨体を使用する分散剤、分散助剤としては、カプリル酸、カプリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、エライジン酸、リノール酸、リノレン酸、ステアロール酸、ベヘン酸、マレイン酸、フタル酸等の炭素数2～40個の脂肪酸（ R_1COOH 、 R_1 は炭素数1～39個のアルキル基、フェニル基、アラルキル基）、前記の脂肪酸のアルカリ金属（Li、Na、K、 NH_4^+ 等）またはアルカリ土類金属（Mg、Ca、Ba等）、Cu、Pb等からなる金属石鹸（オレイン酸

銅）、脂肪酸アミド；レシチン（大豆油レシチン）等が使用される。この他に炭素数4～40の高級アルコール（ブタノール、オクチルアルコール、ミリスチルアルコール、ステアリルアルコール）およびこれらの硫酸エステル、スルホン酸、フェニルスルホン酸、アルキルスルホン酸、スルホン酸エステル、燐酸モノエステル、燐酸ジエステル、燐酸トリエステル、トリポリ燐酸、アルキルホスホン酸、フェニルホスホン酸、アミン化合物等も使用可能である。また、ポリエチレングリコール、ポリエチレンオキサイド、スルホ琥珀酸、スルホ琥珀酸金属塩、スルホ琥珀酸エステル等も使用可能である。これらの分散剤は通常一種類以上で用いられ、一種類の分散剤はバインダー100重量部に対して0.005～20重量部の範囲で添加される。これら分散剤の使用方法は、研磨材や非研磨微粉末の表面に予め被着させてもよく、また分散途中で添加してもよい。

【0032】前記研磨液および前記研磨体に用いる防微剤としては、2-（4-チアゾリル）-ベンズイミダゾール、N-（フルオロジクロロメチルチオ）-フタルイミド、10・10'-オキシビスフェノキシサルシン、2・4・5・6-テトラクロロイソフタロニトリル、P-トリリジヨードメチルスルホン、トリヨードアリルアルコール、ジヒドロアセト酸、フェニルオレイン酸水銀、酸化ビス（トリブチル錫）、サルチルアニライド等がある。

【0033】研磨体を用いる帯電防止剤としては、カーボンブラックが使用でき、例えば、ゴム用ファーンエス、ゴム用サーマル、カラー用ブラック、アセチレンブラック等を用いることができる。その比表面積は5～500 m^2/g 、DBP吸油量は10～400 $ml/100g$ 、pHは2～10、含水率は0.1～10%、タップ密度は0.1～1 g/cm^3 であるのが好ましい。また、カーボンブラックを分散剤等で表面処理したり、樹脂でグラファイト化したものを用いることもできる。

【0034】研磨体を用いるカーボンブラック以外の帯電防止剤としては、グラファイト、変性グラファイト、カーボンブラックグラフトポリマー、酸化錫-酸化アンチモン、酸化錫、酸化チタン-酸化錫-酸化アンチモン等の導電性粉末；サポニン等の天然界面活性剤；アルキレンオキサイド系、グリセリン系、グリシドール系、多価アルコール、多価アルコールエステル、アルキルフェノールEO付加体等のノニオン界面活性剤；高級アルキルアミン類、環状アミン、ヒダントイン誘導体、アミドアミン、エステルアミド、第四級アンモニウム塩類、ピリジンその他の複素環類、ホスホニウムまたはスルホニウム類等のカチオン界面活性剤；カルボン酸、スルホン酸、ホスホン酸、燐酸、硫酸エステル基、ホスホン酸エステル、燐酸エステル基などの酸性基を含むアニオン界面活性剤；アミノ酸類；アミノスルホン酸類、アミノアルコールの硫酸または燐酸エステル類、アルキルベタ

分散・混練中の添加位置、分散位置、分散温度(0～80℃)などは適宜設定することができる。研磨塗料の調製には通常の混練機または分散機、例えば、二本ローリミル、三本ローリミル、ボールミル、ペブルミル、トロシミル、サントグラインダー、ツェグバリ(Szeggvari)フトライター、高速インペラー分散機、高速ストーシミル、高速度衝撃ミル、チイスパー、ニーター、高速ミキサー、リボソフレンダー、コニーター、インテノシフミキサー、タソフラー、フレンダー、チイスパーザー、ホモジナイザー、単軸スクリュウ押し出し機、二軸スクリュウ押し出し機、および超音波分散機などを用いることができる。通常分散・混練にはこれらの分散・混練機を複数備え、連続的に処理を行う。これら分散・混練の補助材料として分散・混練を効率よく進めるため、球相当径で10cmφ～0.05mmφの径のスチールボール、スチールビーズ、セラミックビーズ、ガラスビーズ、有機ポリマービーズを用いることができる。またこれらの材料は球形に限らない。

【0038】支持体上へ前記の研磨層用塗布液を塗布する方法としては、塗布液の粘度を1～20000センチストークス(25℃)に調整し、エアードクターコートー、フレードクター、エアナイフコクター、スクイズコクター、含浸コクター、リバースローリコクター、トランスフーローリコクター、グラビアコクター、キスコーター、キヤストコクター、スプレイコクター、ロッドクター、正回転ローリコクター、カーチンコクター、押出コクター、バーコクター、リフゾクター等が利用でき、その他の方法も可能である。また研磨層を多層構成とする場合は、同時多層塗布、逐次多層塗布等を行

つてもよい。

【0039】このような方法により、支持体上に塗布された塗布液は、20℃(室温)～130℃で多段階で乾燥しながら、形成した研磨層を5～25μm程度の厚みに乾燥する。そして、上記のように形成された研磨層表面の表面粗さを調整して平滑性を高めるためにカレンダー処理を行う。このカレンダー処理におけるカレンダーローリの少なくとも一つが金属ローリで、この金属ローリが研磨層表面に接触した状態で加圧するのが好ましい。また、カレンダーローリにはエポキシ、ポリイミド、ポリアミド、ポリイミドフタレート等の耐熱性のあるプラスチックローリを使用することができ、金属ローリ同

士で処理することもできる。

【0040】上記のような製造方法は粉体の予備処理・表面処理、混練・分散、塗布・乾燥、平滑処理、熱処理、E/B処理、紫外線硬化処理、表面研磨処理、巻き取りの工程を連続して行うことが望ましい。

【0041】巻き取った研磨体は、打ち抜き加工、裁断加工等で所定形状の研磨シート等の研磨体を形成する。これらの加工をする以前または以後の研磨体をパニツシユおよび/またはクリーニングすることが望ましい。

イン型等の両性界面活性剤等が使用される。界面活性剤は単独または混合して添加してもよい。研磨体における、これらの界面活性剤の使用量は、研磨材100重量部当たり0.01～10重量部である。またバツク層の使用量は、インダー100重量部当たり0.01～30重量部である。これらは帯電防止剤として用いられるものであるが、時としてそのほかの目的、例えば分散の改良、潤滑性の改良、塗布補助剤、潤滑剤、硬化促進剤、分散促進剤として適用される場合もある。

【0035】前記研磨体の分散、混練、塗布の際に使用する有機溶媒としては、任意の比率でアセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサン、イソホロン、チトリスプロファン等のケトン系；メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、イソプロピルアルコール、イソブチルアルコール、メチルシクロヘキサノールなどのアルコール系；酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸プロピル、酢酸イソブチル、酢酸ノルボルニル、乳酸エチル、酢酸グリコールモノエチルエーテル等のエスチル系；ジエチルエーテル、チトリスプロファン、グリコールジメチルエーテル、グリコールモノエチルエーテル、ジオキサソンのエーテル系；ベンゼン、トルエン、キシレン、クレゾール、クロロベンゼン、スチレンなどのタール系(芳香族炭化水素)；メチレンクロライド、エチレンクロライド、四塩化炭素、クロロホルム、エチレンクロロヒドリン、ジクロロベンゼン等の塩素化炭化水素、N・N-ジメチルホルムアルデヒド、ヘキサン等が使用できる。またこれら溶媒は通常任意の比率で2種以上で用いる。また1重量%以下の量で微量の不純物(その溶媒自身の重合物、水分、原料成分等)を含んでもよい。これらの溶剤は研磨塗料の合計固形分100重量部に対して50～20000重量部で用いられる。好ましい研磨塗料の固形分率は5～60重量%である。有機溶媒の代わりに水系溶媒(水、アルコール、アセトン等)を使用することもできる。

【0036】研磨層の形成は上記の組成などを任意に組合せて溶媒に溶解し、塗布溶液として支持体上に塗布・乾燥する。この支持体は可撓性を有し、厚みが25～300μm程度である。素材としては、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート等のポリエステル類、ポリプロピレン等のポリオレフィン類、セルローストリアセテート、セルロースジアセテート等のセルロース誘導体、ポリ塩化ビニル等のビニル系樹脂類、ポリカーボネート、ポリイミド、ポリアミド、銅等の金属等のプラスチックのほかにアルミニウム、銅等の金属、ガラス等のセラミックス等も使用できる。これらの支持体は塗布に先立って、コロナ放電処理、フラスマ処理、下塗処理、熱処理、除塵埃処理、金属蒸着処理、フ

ルカリ処理行ってもよい。

【0037】分散、混練の方法には特に制限はなく、また各成分の添加順序(樹脂、粉体、潤滑剤、溶媒等)、50

バーニッシュは研磨体を、具体的にはサファイア刃、剃刀刃、超硬材料刃、ダイヤモンド刃、セラミックス刃のような硬い材料により研磨面の突起部分をそぎおとし平滑にする。これら材料のモース硬度は8以上が好ましいが特に制限はなく突起を除去できるものであれば良い。これら材料の形状は特に刃である必要はなく、角型、丸型、ホイール（回転する円筒形状の周囲にこれらの材質を付与しても良い）のような形状でも使用できる。また研磨体のクリーニングは、表面の汚れや余分な潤滑剤を除去する目的で表層を不織布などでワイピングすることにより行う。

【0042】

【実施例】以下に、本発明の実施例および比較例を示し、その特性を評価する。なお、実施例中の「部」は「重量部」を示す。

【0043】＜実施例1～4＞本例の研磨液は、下記組成Aによって調整してなるもので、水は蒸留した後、イオン交換処理をし、再度蒸留することにより表1に示すように電気伝導度 $\mu\text{S}/\text{cm}$ （25℃）が異なる水によって実施例1～4の研磨液（スラリー）を作成した。なお、実施例1～4の研磨液の水は電気伝導度が0.5 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 以下であり、実施例1から実施例4になるに従って電気伝導度が大きくなっている。また、これらの水のpHを表1に示す。

【0044】＜比較例1, 2＞同様に比較例としての研磨液を、組成Aによって調整してなるもので、表1に示

〔研磨液組成：A〕

研磨材：シリカゲル（平均粒子サイズ：5nm、比表面積：350 m^2/g ） 10部
水（蒸留水） 85部
エチルアルコール 5部

【0048】

【表1】

	電気伝導度 $\mu\text{S}/\text{cm}$	水の pH	経時性状			研磨性
			初期状態	1ヶ月後	3ヶ月後	3ヶ月後
実施例1	0.105	6.1	○	○	○	○
実施例2	0.226	6.2	○	○	○	○
実施例3	0.361	6.1	○	○	○	○
実施例4	0.455	5.9	○	○	○	○
比較例1	0.668	6.2	○	○	×	×
比較例2	0.758	6.3	○	×	×	×

【0049】上記表1の結果、本発明実施例1～4による研磨液は、初期状態並びに1ヶ月後および3ヶ月後の経時後においても、いずれにもゲル化および固化は見られず状態は正常であり、良好な研磨性も得られた。これに対して、比較例1および2では初期状態はいずれも正常であったが、水の電気伝導度が特に高い比較例2では1ヶ月後にゲル化し、比較例1では3ヶ月後にゲル化し、いずれも良好な研磨性は得られなかった。

50

すように電気伝導度が0.5 $\mu\text{S}/\text{cm}$ より大きい水を使用して比較例1, 2の研磨液（スラリー）を作成した。なお、比較例1より比較例2の方が水の電気伝導度がさらに大きくなっている。水のpHを同様に表1に示す。

【0045】上記のような実施例1～4および比較例1, 2の研磨液における初期状態、1ヶ月、3ヶ月および3ヶ月経時後の性状、並びに、3ヶ月経時後の研磨性の評価結果を表1に示す。経時条件としては、温度23℃、湿度60%RHである。また、初期状態および経時後の性状判定は、○は研磨材の凝集、研磨液のゲル化または固化の発生していない正常状態を表している。研磨性の評価は、各研磨液を実際の研磨に使用して、○は所定の研磨特性が得られたもの、×は研磨液のゲル化もしくは固化により研磨部分への供給不能か、研磨性が得られなかった状態を示している。

【0046】なお、前記研磨性の評価に使用した研磨シートは、具体的には示さないが、研磨材、バインダー、分散材、潤滑剤、溶剤等を所定の組成で調整した研磨層塗布液を、支持体に塗布して研磨層を形成してなる。この研磨シートをゴム製回転板上に貼り付け、この回転板を回転させながら、光コネクタフェールールをその上で遊星運動させ先端を研磨層に接触させて、各研磨液による遊離砥粒液を供給しつつ研磨を行った。

【0047】

【0050】＜実施例5, 6＞本例の研磨液は、下記組成Bによって調整してなるもので、水は蒸留した後、イオン交換処理をし、再度蒸留することにより表2に示すように電気伝導度を0.363 $\mu\text{S}/\text{cm}$ （25℃）とした水を使用し、水酸化カリウム水溶液の添加量によってpHを表2のように調整した実施例5, 6の研磨液（スラリー）を作成した。

【0051】＜比較例3＞同様に比較例としての研磨液

の研磨液における初期状態、1ヶ月、3ヶ月および3ヶ月経過後の性状、並びに、3ヶ月経過後の研磨性の評価結果を表2に示す。評価条件は表1の場合と同様である。

【0053】

〔研磨液組成：B〕

研磨材：シリカゲル（平均粒子サイズ：10nm、比表面積：300m²/g）
10部
水（蒸留水）
80部
エチルアルコール
10部
フロピレンジリコール
200ppm
水酸化カリウム水溶液
pH調整

【表2】

研磨性	経時性状		スラリー pH	電気伝導度 μS/cm	比較例3	実施例5	実施例6	比較例3
	初期状態	1ヶ月後						
3ヶ月後	○	○	○	3.56	3.53	3.56	0.363	0.754
○	○	○	○	3.75	○	○	○	×
×	×	×	×	×	×	×	×	×

【0054】

を、組成Bによって調整してなるもので、表2に示すように電気伝導度が0.5μS/cmより大きい水を使用するとともにpHを調整した比較例3の研磨液（スラリー）を作成した。

【0052】上記のような実施例5、6および比較例3

【0055】上記表2の結果、本発明実施例5、6による

る研磨液は、初期状態並びに1ヶ月後および3ヶ月後の経過後においても、いずれにもゲル化および固化は見られず状態は正常であり、良好な研磨性も得られた。これ

に対して、比較例3では初期状態は正常であったが、水の電気伝導度が高いことで1ヶ月後にはゲル化して、良好な研磨性が得られなかった。なお、上記実施例5、6

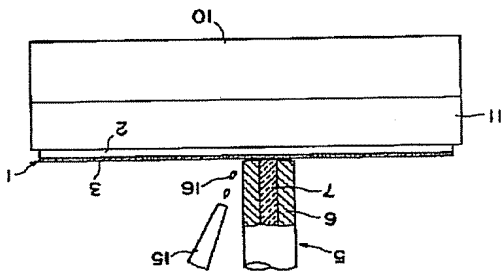
および比較例3で示す程度のpH度の研磨液では、使用後の廃液は沈降無処理で廃棄可能である。

【0056】なお、水の電気伝導度が0.5μS/cm

より大きい水を使用しても、塩基を加えてpHを9程度とすると、経過後のゲル化を抑制し得るが、このように

塩基を加えた研磨液の廃液は特別な中和処理が必要であり、研削機の損傷も塩基を扱うために半年毎にメンテナンスが必要である。この点、前記実施例1～6の本発明

研磨液では、研磨時に研磨液が飛散するときの作業環境



【図1】

【図1】本発明の一つの実施の形態にかかる研磨液による光ファイバー用コネクタ-フェエールの研磨状態を概念的に示す正面図

【符号の説明】

1 研磨体
2 支持体
3 研磨層
5 光ファイバー用コネクタ-フェエール
6 フェエール
7 光ファイバー
10 基盤
11 弾性体
15 供給ノズル
16 研磨液